

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representation of
The original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

p.1

(19) Japan Patent Office (JP)
(12) Open Patent Journal (A)
(11) Patent Application Disclosure No.

PDH10-33125

(43) Date of Disclosure: February 10, 1998

(51) Int. Cl.
A23L 1/05
// C088 37/00

Identification Symbol: Patent Office Filing No. F1

Sheets Describing Technical Information

A23L 1/04
C083 37/00

Request for Examination: Not Requested
Number of Claims: 4 OL (5 Pages in Total)

(21) Application No.: PAH8-193055
(22) Date of Application: July 23, 1996

(71) Applicant: 000118615
Ina Food Industry Co., Ltd.
5074, Nishiharuchika, Ina, Nagano Prefecture

(72) Inventor: Masaaki Kojima
Ina Food Industry Co., Ltd.
5074, Nishiharuchika, Ina, Nagano Prefecture

(73) Inventor: Kazumi Akio
Ina Food Industry Co., Ltd.
5074, Nishiharuchika, Ina, Nagano Prefecture

(74) Agent: Masaru Itami, patent attorney

(54) [Name of Invention] Xanthan gum reforming method and reformed xanthan gum

(57) [Summary]

[Subject] To improve the viscosity of xanthan gum solutions; to reform xanthan gum into a less spinnable, less mushy substance; and to increase its reactivity.

[Method of Solution] Reduce the spinnability of solutions by heating refined powdered xanthan gum, and reform xanthan gum so that 1%-concentration, 25°C solutions will achieve a viscosity of 1,200 cps or higher.

1. Gel Strength
2. Heated
3. Untreated
4. Xanthan
5. Locust
6. Mixing Ratio

p.2

[Scope of Patent Claim]

[Claim 1] A xanthan gum reforming method characterized by a reduced solution spinnability by heating refined powdered xanthan gum and a viscosity of 1,200 cps or higher in the state of 1%-concentration, 25°C solutions.

[Claim 2] The xanthan gum reforming method as claimed in Claim 1, which is characterized by the aforementioned heating to be performed at a temperature of 60°C or higher.

[Claim 3] The xanthan gum reforming method as claimed in Claim 1, which is characterized by the aforementioned heating to be performed by adding acid.

[Claim 4] Reformed xanthan gum obtained by heating refined powdered xanthan gum and characterized by a lower solution spinnability than that before heating, and a viscosity of 1,200 cps in 1%-concentration, 25°C solutions.

[Detailed Description of Invention]

[0001]

[Technical Field to Which Invention Belongs]

This invention relates to a xanthan gum reforming method and reformed xanthan gum.

[0002]

[Conventional Process]

Xanthan gum is a natural polysaccharide produced outside of *xanthomonas campestris*, a microbe, and comprises glucose, mannose, and glucuronic acid. Xanthan gum is generally produced by purely culturing xanthan *campestris* with a grape sugar or starch medium, recovering it by alcohol precipitation, and then refining, drying, and grinding

it.

[0003]

Xanthan gum is soluble and viscous in cold water. However, its viscosity in a solution under external force is quite different from than in a solution in a static state under no external force. This property is called pseudo plasticity. While other gums and starch solutions basically get viscous at low temperature and decrease in viscosity as temperature increases, the viscosity of xanthan gum solutions is relatively temperature-independent. Xanthan gum is also excellent in salt resistance and acid resistance. Because of these properties, xanthan gum is widely used as a viscosity amplifier for dressing, ketchup, mayonnaise, fish guts pickled in salt, shellfish boiled in sweetened soy sauce, etc.

[0004]

[Subject to be Solved by Invention]

Although xanthan gum is inferior to guar gum and other gums in viscosity, it is highly spinnable. Compared with starch and tamarind, which feel mushy, xanthan gum is viscous and gritty and has a feel of paste like other viscosity amplifiers. A xanthan gum solution is not capable of gelling itself but gels in combination with locust bean gum and becomes viscous with guar gum. However, xanthan gum is low in reactivity and provides a low degree of gel strength.

[0005]

As a result of research in xanthan gum reforming, the inventors discovered that the viscosity and reactivity of xanthan gum solutions can be improved simply by treating xanthan gum in a powdered state.

[0006]

[Means to Solve Subject]

Specifically, this invention is intended to reduce the spinnability of solutions by heating powder xanthan gum and, at the same time, to reform xanthan gum into gum of a viscosity of 1,200 cps or higher in a 1%-concentration, 25°C solution. In this invention, xanthan gum powder is heated at a temperature of 60°C or higher, preferably by adding acid.

[0007]

Viscosity generally refers not only to viscosity, a property which can be measured using a viscometer and expressed numerically, but also to properties such as spinnability and the feeling of mushiness, which cannot be explained numerically. This invention ensures improvement of viscosity as well as these unexplainable properties. As mentioned before, the viscosity of xanthan gum as a solution hardly changes even if heated to 80°C or higher. By heating xanthan gum in a powdered state, however, a viscosity of 1,200 cps or higher can be expected from a 1%-concentration, 25°C solution, spinnability can be expected to decrease below the level before heating, and gritty xanthan gum becomes mushy. Refined xanthan gum does

not have these properties and is therefore applicable to a wide range of uses as a viscosity amplifier, etc. This reforming improves the reactivity of xanthan gum and enables xanthan gum to display a strong capability of gelling when mixed with other polysaccharides.

[0008]

[Invention Implementation Procedure]

Referring to the figures shown below, an example of implementing this invention is described. We heated refined xanthan gum powder in a thermostat at different heating temperatures for different heating periods. We made a 1% solution using heated xanthan gum and measured viscosity at a temperature of 25°C. The measurement results are shown in Table 1 below.

[0009]

[Table 1]

p.3

Heating Condition	55°C	80°C	90°C
2 hours	980 cps	1,220 cps	1,420 cps
6 hours	980 cps	1,580 cps	9,620 cps
15 hours	980 cps	7,700 cps	198,000 cps

[0010]

The viscosity of a 1% solution using untreated xanthan gum was 980 cps. Table 1 shows data measured at 55°C, 80°C, and 90°C, respectively. The data indicates, first, that although no changes were observed in heating at 55°C, viscosity underwent significant changes at 60°C and higher temperatures, and second, that viscosity increases in proportion to temperature and time. The practicable heating conditions are 80 - 120°C and 30 minutes to 24 hours.

[0011]

Another result is that reforming is promoted by heating xanthan gum under the influence of acid. Table 2 shows the viscosity of a 1% solution using xanthan gum powder heated with 2.5% of sulfuric acid added, and the viscosity of a 1% solution without sulfuric acid.

[0012]

[Table 2]

Heating Condition	Viscosity
Sulfuric acid added	
80°C, 10 hours	19,000 cps
No sulfuric acid added	
80°C, 10 hours	8,540 cps
90°C, 10 hours	23,700 cps

[0013]

The viscosity of the 1% solution used before xanthan gum reforming was 1.020 cps. The above result indicates that heating with acid can promote reforming effectively.

[0014]

Described below is the test data, which indicates that reactivity is improved by heating xanthan gum powder. Fig. 1 shows the measurement result of the relationship between the xanthan gum/locust bean gum mixing ratio and gel strength. Fig. 2, Fig. 3, and Fig. 4 show the measured gel strength when xanthan gum and konjak mannan were mixed, when xanthan gum and tara gum were mixed, and when xanthan gum and guar gum were mixed, respectively. In all figures, the mark o indicates that heated xanthan gum (at 90°C for 10 hours) was used, and the mark x indicates that untreated xanthan gum was used.

[0015]

As described earlier, xanthan gum itself is not capable of gelling but gels when it is mixed with locust bean gum, etc. The results of Fig. 1 to Fig. 4 indicate that reformed xanthan gum increases in reactivity and forms strong gel when mixed with another gum.

[0016]

The experimental data shown below indicates that the spinnability and feeling of mushiness of reformed xanthan gum solutions change after treatment. As shown in Fig. 5(a), a xanthan gum solution was retained in a 3-cm-high, 5.5-cm-diameter container, and the container was removed as shown in Fig. 5(b) to allow the solution to spread. The size of the spread, which is generally in the form of an ellipse (or a circle if perfect balance is kept), was measured with the longer axis and the shorter axis as the diameter A and the diameter B, respectively. The treatment conditions and the relationship between the diameter A and diameter B are shown in Table 3 below.

[0017]

[Table 3]

Treatment Condition	A [cm]	B [cm]
Untreated	15.0	13.5
90°C, 3 hours	13.5	12.5
90°C, 6 hours	10.5	9.0
90°C, 15 hours	5.0	6.5

[0018]

The above experimental data indicates that the xanthan gum solution becomes less likely to spread and decreases in spinnability when heated in a powdered state. At the same time, the feel of the solution changes from gritty to mushy. Another finding obtained from this invention is that xanthan gum can be less pasty than starch as it is being changed into a starch-like state. Unlike starch, xanthan gum reformed by this invention ensures stable quality because it is not enzyme-decomposed.

[0019]

Xanthan gum reformed by this invention can be used for the following purposes:

(a) As a substitute for fat

Fat can be reduced by mixing xanthan gum with low-fat mayonnaise, low-fat margarine, low-fat dressing, low-fat spread, etc.

(b) For improved viscosity

The pasty feel of starch can be reduced by mixing xanthan gum with flower paste. Mixing xanthan gum with honey or sauce can remove spinnability. Xanthan gum also makes whipped cream, mayonnaise, cheese, ice cream, dressing, etc. more viscous.

[0020]

X Xanthan gum reformed by this invention is applicable not only to food but also to shampoo, shaving cream, etc., as well as to industrial purposes as a ground coagulant.

[0021]

[Effects of Invention] As stated above, heating powdered xanthan gum improves both viscosity and reactivity, and reduces spinnability in particular, ensuring wide applications of xanthan gum as a viscosity amplifier, etc.

[Brief Description of Figures]

[Fig. 1] Fig. 1 shows the data indicating the relationship between the xanthan gum/locust bean gum mixing ratio and gel strength.

[Fig. 2] Fig. 2 shows the data indicating the relationship between the xanthan gum/konjak mannan mixing ratio and gel strength.

[Fig. 3] Fig. 3 shows the data indicating the relationship between the xanthan gum/tara gum mixing ratio and gel strength.

[Fig. 4] Fig. 4 shows the data indicating the relationship between the xanthan gum/guar gum mixing ratio and gel strength.

[Fig. 5] Fig. 5 shows the experimental conditions for testing of the viscosity of the xanthan gum solution.

[Fig. 1]

1. Gel Strength
2. Heated
3. Untreated
4. Xanthan Gum
5. Locust Bean Gum

6. Mixing Ratio

[Fig. 2]

1. Gel Strength
2. Heated
3. Untreated
4. Xanthan Gum
5. Konjak Mannan
6. Mixing Ratio

[Fig. 3]

1. Gel Strength
2. Heated
3. Untreated
4. Xanthan Gum
5. Tara Gum
6. Mixing Ratio

[Fig. 4]

1. Gel Strength
2. Heated
3. Untreated
4. Xanthan Gum
5. Guar Gum
6. Mixing Ratio

p.5

[Fig. 5]

(a) Retained in Container

(b) Container Removed

(19)日本国特許庁 (J P)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平 10-33125

(43)公開日 平成10年(1998)2月10日

(51)Int. Cl.

A23L 1/05

// COBB 37/00

識別記号

序内整理番号

FI

技術表示箇所

A23L 1/04

COBB 37/00

B

審査請求 未請求 請求項の数 4 OL (全5頁)

(21)出願番号 特願平8-193055

(22)出願日 平成8年(1996)7月23日

(71)出願人 000118615

伊那食品工業株式会社

長野県伊那市西春近5074番地

(72)発明者 小島 正明

長野県伊那市西春近5074番地 伊那食品工業株式会社内

(72)発明者 明 一美

長野県伊那市西春近5074番地 伊那食品工業株式会社内

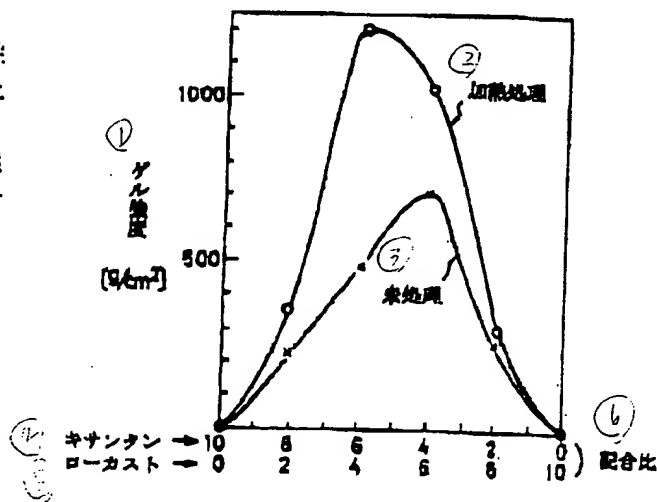
(74)代理人 弁理士 伊丹 勝

(54)【発明の名称】 キサンタンガムの改質方法及び改質キサンタンガム

(57)【要約】

【課題】 キサンタンガム水溶液の高粘度化と、曳糸性の少ない、ボテボテした粘性への改質及び反応性の向上を図る。

【解決手段】 新製されたキサンタンガムを、粉末状態で加熱処理することにより、水溶液の曳糸性を低下させると同時に、濃度1%、25℃の水溶液で1,200cps以上の粘度を持つように改質させる。



(2)

特開平10-33125

2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 精製されたキサンタンガムを、粉末状態で加熱処理することにより、

水溶液の曳糸性を低下させると同時に、濃度1%、25℃の水溶液で1,200cps以上の粘度を持つように改質させることを特徴とするキサンタンガムの改質方法。

【請求項2】 前記加熱処理は、60℃以上で行うことを特徴とする請求項1記載のキサンタンガムの改質方法。

【請求項3】 前記加熱処理は、酸を添加して行うことを特徴とする請求項1記載のキサンタンガムの改質方法。

【請求項4】 精製されたキサンタンガムを粉末状態で加熱処理して得られる改質キサンタンガムであって、処理前に比べて水溶液の曳糸性が低く、かつ濃度1%、25℃の水溶液で1,200cps以上の粘度を有することを特徴とする改質キサンタンガム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、キサンタンガム(Xanthan Gum)の改質方法及び改質キサンタンガムに関する。

【0002】

【従来の技術】 キサンタンガムは、微生物であるキサントモナス・キャンベストリスの菌体外に産生される天然の多糖類であり、グルコース、マンノース及びグルクロン酸により構成されている。キサンタンガムを製造するには一般に、ブドウ糖や澱粉培地でキサントモナス・キャンベストリスを培養して粘質物を生産させ、これをアルコール沈澱により回収して精製・乾燥・粉砕する。

【0003】 キサンタンガムは冷水に溶解して粘性を示すが、水溶液に外力が加わっている状態と外力が加わっていない静置状態とで大きく粘度が異なるという性質、いわゆるシュード・プラスチック(pseudo-plastic)性(擬可塑性)を示す。また、他のガム質や澱粉水溶液は低温で粘度が高く、高温になるにつれて粘度が低下するという基本的性質があるのに対して、キサンタンガム水溶液の粘度は、温度依存性が比較的小さいという特異な性質を持つ。耐塩性や耐酸性にも優れている。これらの性質のため、キサンタンガムは、ドレッシング、ケチャップ、マヨネーズ、塩辛、佃煮等、多くの食品の増粘剤として利用されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、キサンタンガムは、グアーガム等と比較して粘度が低いにも拘らず、

曳糸性が強いという性質がある。また、澱粉やタマリンド等は、ボテボテしたボディ感があるのに対し、キサンタンガムはズルつきのある粘性を示し、他の増粘剤と同様に糊状感を有する。更にキサンタンガム水溶液は単独ではゲル形成能がなく、ローカストビーンガム等との併用によりゲル化し、グアーガムとの併用により増粘性を示すことが知られているが、反応性は弱く、得られるゲル強度は小さい。

【0005】 本発明者等は、キサンタンガムの改質につき研究を重ねた結果、粉末状態で簡単な処理によって、キサンタンガム水溶液の粘性の改質、及び反応性の向上が可能であることを初めて見出した。

【0006】

【課題を解決するための手段】 即ちこの発明は、精製されたキサンタンガムを、粉末状態で加熱処理することにより、水溶液の曳糸性を低下させると同時に、濃度1%、25℃の水溶液で1,200cps以上の粘度を持つように改質させることを特徴としている。この発明において、キサンタンガム粉末の加熱処理は、60℃以上で行う。この発明において好ましくは、前記加熱処理は、酸を添加して行う。

【0007】 一般に粘性には、粘度計により測定されて数値化される粘度の他、上述したように数値化できない曳糸性やボディ感といった性質が含まれるが、これらを含めた粘性の改質がこの発明により可能となる。即ち前述のようにキサンタンガムは、水溶液の状態では例えば80℃以上まで加熱しても、粘性は殆ど変化しないが、粉末状態で加熱することによって、その水溶液は、1%濃度、25℃で1,200cps以上という粘度が得られ、同時に処理前に比べて曳糸性が低下し、またズルつきの粘性からボディ感のある粘性に変わる。このような特性は、精製したままのキサンタンガムにはないものであり、これは増粘剤等として幅広い用途への適用を可能とする。また、この改質によりキサンタンガムの反応性が向上して、他の多糖類等との混合により強いゲル形成能が発揮される。

【0008】

【発明の実施の形態】 以下、図面を参照して、この発明の実施例を説明する。精製されたキサンタンガム粉末を、水溶液中で加熱温度と加熱時間を種々変えて加熱処理した。加熱処理したキサンタンガムの1%水溶液を作って、その粘度を測定した。測定温度は25℃である。その測定結果を、下記表1に示す。

【0009】

【表1】

(3)

特開平10-33125

処理条件	55℃	80℃	90℃
2時間	980 cps	1,220 cps	1,420 cps
8時間	980 cps	1,580 cps	9,620 cps
16時間	980 cps	7,700 cps	198,000 cps

【0010】なお、未処理のキサンタンガム1%水溶液の粘度は、980 cps であり、表1では、55℃、80℃、90℃のデータを示すが、55℃の加熱処理では変化が認められず、60℃以上で有意な粘度変化が認められること、一般に温度と時間を増すことにより、より高い粘度が得られることが明らかになった。実用上有用と思われる加熱条件は、80～120℃で、30分～24時間である。

【0011】また、キサンタンガムの加熱処理を酸性側で行うことにより、改質が促進されることが確認できた。具体的に、キサンタンガム粉末に硫酸2.5%を添加して加熱処理を行ったときの1%水溶液の粘度を測定した結果を、硫酸無添加による加熱処理のものと比較して、表2に示す。

【0012】

【表2】

加熱処理条件	粘度
硫酸添加 80℃、10時間	19,000 cps
硫酸無添加 80℃、10時間	3,840 cps
80℃、10時間	22,700 cps

【0013】なお、この試験に用いたキサンタンガムの改質処理前の1%水溶液の粘度は1,020 cps であった。上の結果から、酸性側での加熱処理によって、効果的に改質が進むことが明らかである。

【0014】次に、キサンタンガム粉末の加熱処理により、反応性が向上することを示す試験データを挙げる。図1は、キサンタンガムとローカストビーンガムとの配合比とゲル強度との関係を測定した結果である。同様に、図2はキサンタンガムとコンニャクマンナンを混合した場合、図3はキサンタンガムとタラガムを混合した場合、図4はキサンタンガムとグアーガムを混合した場合のゲル強度を測定した結果である。いずれの図も、○印は加熱処理（処理条件90℃、10時間）したキサンタンガムを用いた場合、×は未処理のキサンタンガムを用いた場合である。

【0015】キサンタンガムは単独ではゲル形成能はなく、ローカストビーンガム等との混合によりゲルを形成することは先に述べたが、図1～図4の結果から、改質キサンタンガムが反応性を増して、他のガム質との混合により強いゲルを形成することが明らかになった。

【0016】次に、改質キサンタンガム水溶液の曳糸性及びポディ感（処理前に比べて変化すること）を示す試験データを挙げる。図5（a）に示すように、キサンタンガム水溶液を容器により高さ3 cm、径5.5 cmの円

柱状に保持した状態から、図5（b）のように容器を除去してダレた状態をつくり、その広がり（大きさ）を、一般に楕円形（完全なバランスが保たれれば円形）としたときの長軸及び短軸の径A、Bにより測定した。加熱処理条件と、径A、Bの関係を下記表3に示す。

【0017】

【表3】

処理条件	A [cm]	B [cm]
未処理	18.0	13.8
90℃、2時間	13.6	12.5
90℃、6時間	10.8	9.0
90℃、16時間	8.0	6.8

【0018】上の実験データから、粉末での加熱処理によって、キサンタンガム水溶液はダレて広がること少なくなり、曳糸性が低下し、ズルつきの粘性からポテテしたポディ感のあるものとなることが分かる。更にこの発明によると、粘性の質を澱粉のように変えながら、澱粉に比べて比較的糊状感の出ない状態を得ることができるとも明らかになった。またこの発明による改質キサンタンガム（キサンタンガムに硫酸を添加して加熱処理したもの）

5

(4)

特開平10-33125

6

め、安定した品質が得られるという特徴もある。

〔0019〕この発明による改質キサンタンガムは、次のような用途に有用である。

(a) 脂肪代替品としての用途

ローファットマヨネーズ、ローファットマーガリン、ローファットドレッシング、ローファットスブレッド等に配合することにより、低脂肪化が図られる。

(b) 粘性改質の用途

フラワーペーストに混合することにより、澱粉の糊状感を低減することができる。蜂蜜やソース等に混合することにより、変糸性をなくすことができる。ホイップクリーム、マヨネーズ、チーズ、アイスクリーム、ドレッシング等の粘性を強いものとすることができる。

〔0020〕この発明による改質キサンタンガムの用途は、食品に限られない。例えば、シャンプーやシェービングクリーム等にも同様に適用できる。更に、工業用途として、地盤改良剤等として用いることができる。

〔0021〕

〔発明の効果〕以上述べたようにこの発明によれば、キサンタンガムを粉末状態で加熱処理することにより、粘性の改質及び反応性の向上が図られ、特に変糸性を少なくして、増粘剤等として広い用途への適用を可能とすることができる。

〔図面の簡単な説明〕

〔例1〕キサンタンガムとローカストビーンガムの配合比とゲル強度の関係を示すデータである。

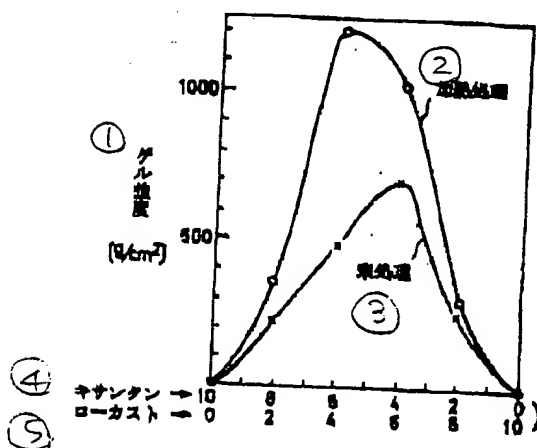
〔例2〕キサンタンガムとコンニャクマンナン配合比とゲル強度の関係を示すデータである。

〔例3〕キサンタンガムとタラガムの配合比とゲル強度の関係を示すデータである。

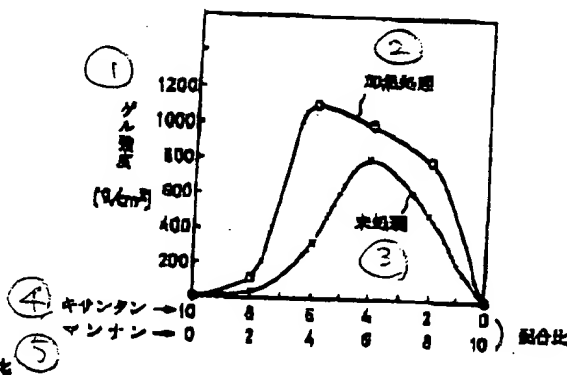
〔例4〕キサンタンガムとグアーガムの配合比とゲル強度の関係を示すデータである。

〔例5〕キサンタンガム水溶液の粘性実験の条件を示す。

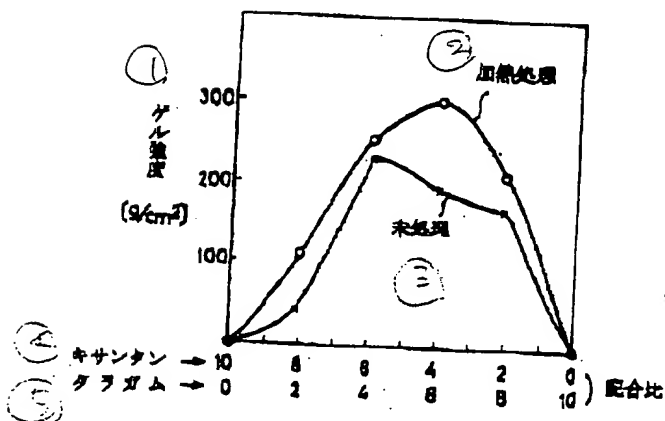
〔例1〕



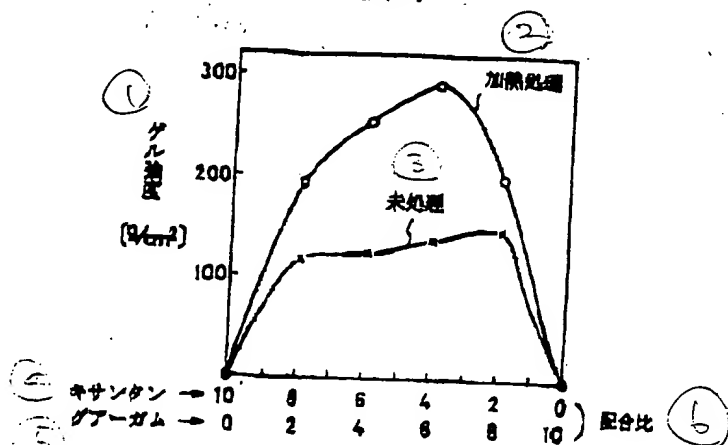
〔例2〕



〔例3〕



〔例4〕

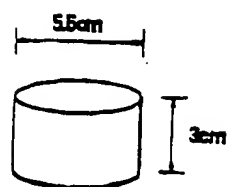


(S)

特開平10-33125

(1×5)

(a) 容器により
保持した状態



(b) 容器を
除去した状態

